

SKRIPSI

HENI KRISNAWANG

FF 33/04

kri

PEMURNIAN KALSIMUM KLORIDA (CaCl_2)
PRODUK DARI PENGOLAHAN LIMBAH
PRECIPITATED CALCIUM CARBONAT (PCC)



MILIK
PERPUSTAKAAN
UNIVERSITAS AIRLANGGA
SURABAYA

FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS AIRLANGGA
BAGIAN KIMIA FARMASI
SURABAYA
2003

Lembar Pengesahan

**PEMURNIAN KALSIUM KLORIDA (CaCl_2)
PRODUK DARI PENGOLAHAN LIMBAH
*PRECIPITATED CALCIUM CARBONAT (PCC)***

SKRIPSI

**Dibuat Untuk Memenuhi Syarat Mencapai Gelar Sarjana Sains
Pada Fakultas Farmasi Universitas Airlangga**

Surabaya

2003

Oleh :

HENI KRISNAWANG

NIM : 059711952

Disetujui oleh :

Pembimbing Utama

Pembimbing Serta



Prof. Dr. H. AMIRUDDIN PRAWITA, Apt.

Drs. H. ACHMAD INONI, Apt.

NIP : 130 541 813

NIP : 130 350 737



RINGKASAN

**PEMURNIAN KALSIMUM KLORIDA (CaCl_2)
PRODUK DARI PENGOLAHAN
LIMBAH *PRECIPITATED CALCIUM CARBONAT* (PCC)**

Heni Krisnawang

Kalsium adalah elemen paling banyak yang terdapat di bumi dengan kandungan diperkirakan sekitar 2,96 % dari massa kulit bumi. (Filov, 1993). Secara kimia batu kapur terdiri dari Kalsium Karbonat dan Magnesium Karbonat sebagai komponen utama terbesar dengan kandungan total karbonat yang mencapai lebih dari 50% sampai 90%. (Othmer, 1978). Salah satu pemanfaatannya adalah dalam produksi limbah PCC, yang menghasilkan limbah PCC dengan kandungan kalsium hidroksida yang tinggi yang menimbulkan kesulitan dalam pembuangannya serta memiliki nilai ekonomis yang rendah. (Oates, 1998).

Dari studi pustaka kalsium hidroksida yang merupakan limbah industri P.C.C dapat ditreatmen dengan ammonium klorida untuk menghasilkan kalsium klorida. (Oates, 1998). Kalsium klorida memiliki beragam manfaat antara dalam industri semen yang dipergunakan sebagai pereduksi alkali, untuk mengontrol pertumbuhan mikroorganisme dalam industri herbisida, dan sebagai sumber kalsium untuk suplemen makanan ternak. Jika Kalsium Klorida yang dihasilkan dapat memenuhi spesifikasi food grade (sesuai persyaratan FDA), maka kalsium klorida dapat dipakai sebagai bahan tambahan dalam proses produksi pada industri produk – produk susu, sayuran dan buah- buahan, serta dapat dipergunakan dalam beragam industri sediaan farmasi. (Willey, 1978). Kalsium klorida yang merupakan produk hasil treatment limbah PCC ini ternyata memiliki beragam kandungan pengotor organik maupun inorganik sehingga memerlukan proses pemurnian untuk memenuhi spesifikasi dalam persyaratan Farmakope.

Tujuan penelitian ini adalah untuk melakukan pemurnian Kalsium korida hasil produksi limbah PCC dari pengotor utama (Mg, Pb dan Cd), agar dapat menghasilkan CaCl_2 yang optimal baik jumlahnya maupun kualitas kemurniannya (derajat *food grade*). Magnesium dipisahkan dengan Kalsium karena pertimbangan kemiripan sifat kimia fisika antara Calsium (Ca) dan Magnesium (Mg) kecuali terdapat perbedaan kelarutan pada oxine dengan pengaturan pH yang sesuai yakni 8,7 – 9.

Percobaan dalam penelitian dilakukan dengan penghilangan kandungan pengotor organik dalam limbah PCC sebelum dilakukan *treatment* untuk menghasilkan kalsium klorida dilakukan dengan menggunakan pemanasan dengan *muffle furnace* pada suhu 900°C selama 90 menit. Kandungan NH_4Cl yang merupakan produk sampingan dalam produksi kalsium klorida dihilangkan dengan menggunakan pemanasan pada suhu 340°C selama 10 menit, yang dipakai sebagai metode pemurnian yang pertama dalam penelitian. Kemudian dilanjutkan dan pemisahan Magnesium dalam kandungan kalsium klorida dengan bahan *chelating agent oxine* dengan pH 9 yang dipakai sebagai metode pemurnian

yang kedua dalam penelitian. Tahapan selanjutnya dengan pembentukan kompleks ion logam berat (Pb dan Cd) dengan bahan chelating agent (Na-DDTC – MIBK pada pH 5) yakni menggunakan ekstraksi dengan pelarut non polar. yang dipakai sebagai metode pemurnian yang ketiga dalam penelitian. Dari ketiga metode ini penelitian ini kemudian diperbandingkan dan dipilih satu metode pemurnian yang terbaik.

Dari hasil penelitian diketahui bahwa pemurnian awal untuk menghilangkan kandungan pengotor organik limbah PCC serta untuk meningkatkan reaktivitas limbah PCC adalah dengan pemanasan menggunakan *muffle furnace* pada suhu 900°C dengan jangka waktu 90 menit, dengan (penghitungan penyusutan berat rendemen) yakni berat sebesar 33,80% yang lebih efektif dibanding pada pemanasan yang lebih lama.

Dari hasil penelitian untuk tahapan pemurnian dengan pemanasan menggunakan *muffle furnace* suhu 340°C berat rendemen dari produk CaCl_2 yang dimurnikan sampai adalah sebesar 70 – 60%, dengan kemurnian produk CaCl_2 dari limbah PCC ditentukan melalui penetapan kadar Ca sebesar 88,93%, sedangkan kemurnian produk melalui penetapan kadar Cl memberikan hasil sebesar 93,70%, dengan kandungan Kalsium pada pemeriksaan AAS menunjukkan nilai sebesar 27,64,66%, dengan kadar pengotor Mg sebesar 1,23%, Pb sebesar 0,018%, dan Cd sebesar 0,0070%.

Sedangkan untuk metode pemurnian yang kedua dengan pemisahan menggunakan oxine pada pH 9, diperoleh berat rendemen produk CaCl_2 sebesar 54,39%, dengan kemurnian produk ditentukan melalui penetapan kadar Ca dan Cl produk CaCl_2 secara titrimetri masing masing adalah sebesar 54,18% dan 71,89% dan kadar kandungan Kalsium pada pemeriksaan menggunakan AAS menunjukkan nilai sebesar 22,76%, dengan kadar pengotor Mg sebesar 0,213%, Pb sebesar 0,00%, dan Cd sebesar 0,0057%.

Sedangkan untuk metode pemurnian yang ketiga dengan pemisahan menggunakan oxine pada pH 9, diperoleh berat rendemen produk CaCl_2 sebesar 59,30%, dengan kemurnian produk ditentukan melalui penetapan kadar Ca dan Cl produk CaCl_2 secara titrimetri masing masing adalah sebesar 52,40% dan 72,26% dan kandungan Kalsium pada pemeriksaan menggunakan AAS menunjukkan nilai sebesar 19,27%, dengan kadar pengotor Mg sebesar 0,273%, Pb sebesar 0,00%, dan Cd sebesar 0,0019%.

Hasil penelitian menunjukkan metode yang paling efektif dalam pemurnian kalsium klorida produk limbah PCC adalah pada pemurnian dengan metode ketiga yang menggunakan ekstraksi Na-DDTC – MIBK, karena dalam metode ini kadar CaCl_2 yang bisa dimurnikan masih cukup besar yakni 19,27%, dengan kandungan pengotor Mg sebesar 0,273%, serta kandungan Pb dan Cd nilainya sudah memenuhi spesifikasi kemurnian Kalsium dengan derajat pro analisis (kadar logam berat sebesar 0,0005%) dengan nilai akurasi (90,10%) dan presisi (3,06%) yang masih memenuhi spesifikasi validasi metode.

Dari penelitian disarankan untuk melakukan penghilangan kandungan pengotor – pengotor yang lain walaupun dalam jumlah yang sangat kecil di dalam kalsium klorida hasil produk limbah PCC, dengan menggunakan pengektaksi yang murni dari segala kandungan pengotor.

ABSTRACT

The aim of this research was to determine the specific weight of pyridine-piperidine as catalyst in synthesis of *trans-m*-hydroxycinnamic acid by Knoevenagel reaction that gave the highest percentage yield. The product of *trans-m*-hydroxycinnamic acid was not only influenced by the basicity of the catalyst but also by the kind of the catalyst. When a tertiary base (ex : pyridine) was used, it gave the highest percentage yield than a primary or a secondary base (ex : piperidine), while a primary or a secondary base was used in synthesis of *trans-m*-hydroxycinnamic acid, it gave a complication arises from the fact that carbonyl compounds can form addition product with such bases and this addition product may therefore be intermediates in the reaction as adverse result.

Synthesis of *trans-m*-hydroxycinnamic acid was done by mixing *m*-hydroxybenzaldehyde and malonic acid. This research compares three different spesific weight of pyridine-piperidine. The comparison between pyridine-piperidine were (5:0), (5:3,5), and (5:7). They gave 52,51%, 38,78 %, 31,38 % result incessantly. *Trans-m*-hydroxycinnamic acid is a spesific white crystal.

When using catalyst in synthesis *trans-m*-hydroxycinnamic acid, it must be attantioned not only the basicity of catalyst but also kind of catalyst (primary, secondary, or tertiary base). To get more result, it can used two or three times more of malonic acid than *m*-hydroxybenzaldehyde. To get purer results, it was better if used preparatif layer chromatography or column chromatography first before it was crystallised.

Keyword : *Trans-m*-hydroxycinnamic acid, Knoevenagel reaction, pyridine, piperidine

ABSTRACT**The purification of Calcium Chloride, the product of PCC (Precipitated Calcium Chloride) waste's treatment .**

In the production process of PCC, its industrial waste (Ca(OH)_2) gained in very large amount and gives rise to problems in its disposal and has very low economic value. From the literature, (Ca(OH)_2), can be treated with NH_4Cl to give result of CaCl_2 , that is useful for pharmaceutical raw material to be used as preservative, antidote for magnesium poisoning, coagulant in rubber industry, for mixture in ice factory, cement, tooth paste, and also as additive for production process in milk and milk product industry. The product CaCl_2 from treatment of PCC need purification process to remove the trace element in its contains especially the biggest trace elements of Magnesium (Mg), Cadmium (Cd), dan Plumbum (Pb). In the laboratory, solvent extraction has been found to be the most satisfactory approach. In addition to yielding a good separation, solvent extraction has the advantage of extracting metals of interest in the right choice of chelating agents. This research using 8- hydroxyquinoline (oxine) ($\text{C}_9\text{H}_7\text{ON}$) that has been found to be suitable chelating agent for extracting many metals ions with the arrange of pH value, and also Sodium Diethyldithiocarbamate [$(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{N-CS-S}$]Na also has been found to be the effective chelating agent for extracting metal ion. This research using three methods of purification which are the heating of CaCl_2 product in the muffle furnace at 340°C degree, the second is using oxine in pH 9, and the third is using oxine in pH 9 and then continued with extraction using Na-DDTC and MIBK in pH 5. The result of research shown that the third methode has been found to be the most satisfactory method of CaCl_2 product purification, with AAS result , the contains of Calcium is 19,27%, Magnesium contains is 0,273%, Plumbum contains is 0,00% dan Cadmium contains is 0,0019%. Result in this research indicating that CaCl_2 , product of PCC treatment is suitable for pharmaceutical raw material and reach the grading of food grade in the pharmacope specification.

Keyword : Calcium Chloride, Sodium Diethyldithiocarbamate, Oxine, purification, solvent extraction.